

---

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Pertama  
Sidang Akademik 2004/2005

Oktober 2004

**EKC 202 – Kimia Analitis**

Masa : 3 jam

---

Sila pastikan bahawa kertas peperiksaan ini mengandungi ENAM muka surat yang bercetak dan SATU muka surat Lampiran sebelum anda memulakan peperiksaan ini.

**Arahan:** Jawab **LIMA (5)** soalan. Jawab **SEMUA** soalan dari Bahagian A. Jawab mana-mana **TIGA (3)** soalan dari Bahagian B.

Pelajar hendaklah menjawab semua soalan dalam Bahasa Malaysia.

Bahagian A : Jawab SEMUA soalan.

1. [a] Satu sampel piawai serum darah manusia mengandungi 42.0 g albumin per liter. Lima makmal A - E telah menjalankan essei (pada hari yang sama) ke atas albumin tersebut untuk mendapatkan kepekatan. Keputusan berikut diperolehi:

A	B	C	D	E
42.5	39.8	43.5	35.0	42.2
41.6	43.6	42.8	43.0	41.6
42.1	42.1	43.8	37.1	42.0
41.9	40.1	43.1	40.5	41.8
41.1	43.9	42.7	36.8	42.6
42.2	41.9	43.3	42.2	39.0

Beri komen anda tentang kejituan dan kepersisan untuk setiap set keputusan yang diperolehi.

[8 markah]

- [b] Satu kaedah kuantitatif yang baru untuk metanol berasaskan kesannya ke atas spektrum nampak untuk metilene biru telah dilaporkan. Tanpa kehadiran metanol, spektrum nampak untuk metilene biru menunjukkan dua jalur keserapan yang menonjol pada jarak gelombang 663 nm dan 610 nm.

Untuk kepekatan metanol antara 0 hingga 30% isipadu/isipadu nisbah keserapan pada 663 kepada 610 nm memberikan rangkap lurus bagi amaun metanol. Dengan menggunakan data berikut, kirakan % isipadu/isipadu metanol dalam satu sampel di mana  $A_{610}$  ialah 0.75 dan  $A_{663}$  ialah 1.07. Gunakan kaedah kuasa dua terkecil di dalam pengiraan anda.

% Metanol (isipadu/isipadu)	$A_{663}/A_{610}$
0	1.21
5.0	1.29
10.0	1.42
15.0	1.52
20.0	1.62
25.0	1.74
30.0	1.84

[10 markah]

- [c] EDTA ialah salah satu ahli kepada kelas ligan aminokarboksilat yang membentuk kompleks stabil pada nisbah 1:1 dengan ion-ion logam. Jadual berikut menunjukkan nilai log  $K_f$  untuk beberapa ligan dengan  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$ . Ligan yang mana satukah yang terbaik untuk digunakan dalam penitratan  $\text{Ca}^{2+}$  dengan kehadiran  $\text{Mg}^{2+}$ ? Kenapa?

...3/-

	Mg <sup>2+</sup>	Ca <sup>2+</sup>
EDTA	8.7	10.7
HEDTA	7.0	8.0
EEDTA	8.3	10.0
EGTA	5.4	10.9
DTPA	9.0	10.7
CyDTA	10.3	12.3

[2 markah]

2. [a] Dengan menggunakan persamaan Van Deemster, HETP dan N, terangkan mengapa perubahan berikut boleh meningkatkan keupayaan pemisahan dalam turus kromatografi.

[i] Perubahan kadar alir fasa bergerak

[3 markah]

[ii] Peningkatan panjang turus

[3 markah]

[iii] Penurunan garis pusat dalaman turus

[4 markah]

- [b] Terbitkan persamaan untuk Nisbah Taburan,  $D$  bagi satu sebatian mudah urai dalam sistem akues.

[2 markah]

- [c] Tulis nota-nota ringkas mengenai prinsip alat pengesan berikut:

[i] Pengesan pengionan nyala

[4 markah]

[ii] Pengesan Konduktiviti Termal

[4 markah]

Bahagian B : Jawab mana-mana TIGA soalan.

3. [a] Satu kaedah baru untuk penentuan keperluan oksigen kimia (COD) dalam air sisa dibandingkan dengan kaedah piawai (garam raksa/merkuri). Keputusan berikut diperolehi untuk sampel daripada efluen kumbahan:

	Min (mg/L)	Sisihan piawai (mg/L)
Kaedah piawai	72	3.31
Kaedah baru	72	1.51

Untuk setiap kaedah 8 penentuan telah dibuat. Adakah kepersisan untuk kaedah baru lebih signifikan berbanding dengan kaedah piawai? (Gunakan aras keyakinan pada 95%).

[5 markah]

...4/-



- [b] Penentuan besi, Fe dalam aliran sisa industri dijalankan dengan menggunakan kaedah o-fenantrolin. Pengukuran telah dilakukan sebanyak tiga kali. Keputusan berikut diperolehi.

Larutan	Kepekatan (mg/L)	Keserapan		
Blank	0.0	0.001	0.001	0.001
Piawai 1	6.0	0.351	0.357	0.361
Piawai 2	15.0	0.714	0.711	0.712
Piawai 3	30.0	1.252	1.264	1.268
Piawai 4				
Sampel 1		0.558	0.566	0.563
2		0.364	0.369	0.372
3		0.385	0.388	0.385
4		1.008	1.020	1.011
5		0.555	0.563	0.565
6		0.590	0.598	0.595

- [i] Gunakan kaedah kuasa dua terkecil untuk mendapatkan kelok kalibrasi yang terbaik.

[12 markah]

- [ii] Kirakan kepekatan untuk besi bagi keenam-enam sampel.

[3 markah]

4. [a] Gunakan latihan sasar untuk menggambarkan konsep-konsep berikut:

- [i] jitu dan persis
- [ii] jitu tetapi tidak persis
- [iii] persis tetapi tidak jitu
- [iv] tidak persis dan tidak jitu

[4 markah]

- [b] Salah satu daripada faktor penyimpangan daripada Hukum Beer ialah disebabkan peralatan di mana sinaran sesat boleh berlaku. Data berikut diperolehi dengan menggunakan satu sel yang mempunyai lintasan optik 1.00 sm, apabila sinaran sesatnya adalah tidak signifikan ( $P_{\text{sesat}} = 0$ )

[Analit] (M)	Keserapan
0.0	0.000
1.0	0.183
2.0	0.364
3.0	0.546
4.0	0.727

- Kirakan kepekatan untuk setiap larutan apabila  $P_{\text{sesat}} = 15\%$  daripada  $P_0$ . Andaikan  $P_0$  ialah 100.

[10 markah]

...5/-

- Di beri  $\alpha_{y4-}$  pada  $\text{pH } 8 = 5.6 \times 10^{-3}$   
 $\text{pH } 2 = 3.3 \times 10^{-14}$

[6 markah]

- 

[i] Adakah kromatografi tersebut kromatografi biasa atau berbalik. Terangkan jawapan kamu.

[3 markah]

- [3 markah]

- [iii] Bagaimanakah kamu boleh menukar fasa bergerak tersebut supaya sebatian C akan dielutkan lebih awal TANPA menukar kedudukan relatif sebatian A dan B. Terangkan kenapa ini boleh berlaku?

[8 markah]

- [j] Pengekstrakan 10 ml larutan akues dengan 10 ml pelarut organik.

[3 markah]

- [ii] Pengekstrakan dengan dua bahagian 5.0 ml pelarut organik masing-masing.

[3 markah]

...6/-

Lampiran

Values of t for v degrees of freedom for various confidence levels.

v	Confidence Level				
	80%	90%	95%	99%	99.5%
1	3.08	6.314	12.706	63.657	127.32
2	1.89	2.920	4.303	9.925	14.089
3	1.64	2.353	3.182	5.841	7.453
4	1.53	2.132	2.776	4.604	5.598
5	1.48	2.015	2.571	4.032	4.773
6	1.44	1.943	2.447	3.707	4.317
7	1.42	1.895	2.365	3.500	4.029
8	1.40	1.860	2.306	3.355	3.832
9	1.38	1.833	2.262	3.250	3.690
10	1.37	1.812	2.228	3.169	3.581
15	1.36	1.753	2.131	2.947	3.252
20	1.35	1.725	2.086	2.845	3.153
25	1.34	1.708	2.060	2.787	3.078
$\infty$	1.29	1.645	1.960	2.576	2.807

<sup>a</sup> v = N - 1 = degree of freedom

Values of F at the 95% confidence level.

	$v_1 = 2$	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20	30
$y_2 = 2$	19.0	19.2	19.2	19.3	19.3	19.4	19.4	19.4	19.4	19.4	19.4	19.5
3	9.55	9.28	9.12	9.01	8.94	8.89	8.85	8.81	8.79	8.70	8.66	8.62
4	6.94	6.59	6.39	6.26	6.16	6.09	6.04	6.00	5.96	5.86	5.80	5.75
5	5.79	5.41	5.19	5.05	4.95	4.88	4.82	4.77	4.74	4.62	4.56	4.50
6	5.14	4.76	4.53	4.39	4.28	4.21	4.15	4.10	4.06	3.94	3.87	3.81
7	4.74	4.35	4.12	3.97	3.87	3.79	3.73	3.68	3.64	3.51	3.44	3.38
8	4.46	4.07	3.84	3.69	3.58	3.50	3.44	3.39	3.35	3.22	3.15	3.08
9	4.26	3.86	3.64	3.48	3.37	3.29	3.23	3.18	3.14	3.01	2.94	2.86
10	4.10	3.71	3.48	3.33	3.22	3.14	3.07	3.02	2.98	2.85	2.77	2.70
15	3.68	3.29	3.06	2.90	2.79	2.71	2.64	2.59	2.54	2.40	2.33	2.25
20	3.49	3.10	2.87	2.71	2.60	2.51	2.45	2.39	2.35	2.20	2.12	2.04
30	3.32	2.92	2.69	2.53	2.42	2.33	2.27	2.21	2.16	2.01	1.93	1.84

Rejection quotient Q, at 90% confidence level.

No. of Observations	$Q_{90}$
3	0.94
4	0.76
5	0.64
6	0.56
7	0.51
8	0.47
9	0.44
10	0.41